

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2001-288591

(43)Date of publication of application : 19.10.2001

(51)Int.Cl.

G23F 3/00

B24B 57/02

G23F 1/08

(21)Application number : 2000-102878

(71)Applicant : JAPAN TECHNO CO.,LTD

(22)Date of filing : 04.04.2000

(72)Inventor : OMASA RYUSHIN

(54) CHEMICAL POLISHING METHOD OF METAL ARTICLE

(57)Abstract

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a chemical polishing method by which the high glossiness can be demonstrated with lower chemical concentration at a lower treatment temperature and in a shorter time than those in a conventional chemical polishing method.

SOLUTION: In the chemical polishing method of metal articles, the desired oscillation of the frequency between 10 Hz and 150 Hz is generated in an oscillation motor by using an inverter, this oscillation is transmitted via an oscillation stress distributing means to oscillate oscillation blades with one or multi-stage oscillation rods in an agitating tank at the amplitude of 0.1-10.0 mm and the frequency of 200-800 cycles/min. to agitate the chemical polishing solution in the agitating tank.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

06.02.2002

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C) 1998,2003 Japan Patent Office

CORRECTION

[Date of Correction] 15.04.2002

[Applicant]

[PAJ ORIGINAL] NIPPON TECHNO KK

[CORRECTED] JAPAN TECHNO CO.,LTD

[Inventor]

[PAJ ORIGINAL] OMASA TATSUAKI

[CORRECTED] OMASA RYUSHIN

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2001-288591

(P2001-288591A)

(43) 公開日 平成13年10月19日 (2001. 10. 19)

(51) Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	キーワード (参考)
C 2 3 F 3/00		C 2 3 F 3/00	3 C 0 4 7
B 2 4 B 57/02		B 2 4 B 57/02	4 K 0 5 7
C 2 3 F 1/08	1 0 1	C 2 3 F 1/08	1 0 1

審査請求 未請求 請求項の数 9 O L (全 11 頁)

(21) 出願番号 特願2000-102878 (P2000-102878)

(22) 出願日 平成12年4月4日 (2000. 4. 4)

(71) 出願人 392026274

日本テクノ株式会社

東京都大田区久が原2丁目14番10号

(72) 発明者 大政 眞吾

神奈川県藤沢市片瀬山5丁目28番11号

(74) 代理人 100094466

弁理士 友松 英爾 (外1名)

Fターム (参考) 3C047 FF08 GG15

4K057 WA04 WA09 WB01 WB02 WB04

WB05 WB07 WB08 WE02 WE03

WE04 WE07 WE08 WE12 WK01

WM03 WM11 WM13 WM17

(54) 【発明の名称】 金属物品の化学研磨法

(57) 【要約】

【課題】 従来の化学研磨法より低い薬剤濃度で、低い処理温度で、かつ短い時間で高い光沢度を示すことのできる新規な化学研磨法の提供。

【解決手段】 インバーターにより振動モーターを10～150 Hzの間の所望の振動を発生させ、この振動を振動応力分散手段を介して攪拌槽内の振動棒を一段または多段に固定した振動羽根を振幅0.1～10.0 mm、振動数200～800回/分で振動させ、攪拌槽中の化学研磨液を攪拌することを特徴とする金属物品の化学研磨法。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 インバーターにより振動モーターを10～150Hzの間の所望の振動を発生させ、この振動を振動応力分散手段を介して攪拌槽内の振動棒を一段または多段に固定した振動羽根を振幅0.1～10.0mm、振動数200～800回/分で振動させ、攪拌槽中の化学研磨液を攪拌することを特徴とする金属物品の化学研磨法。

【請求項2】 前記金属物品を槽中に吊り下げている吊り下げ具をインバーターにより振動モーターを5～60Hzの間の所望の振動を発生させ、前記金属物品に振幅0.1～3.0mm、振動数100～300回/分の振動を与えるものである請求項1記載の金属物品の化学研磨法。

【請求項3】 前記吊り下げ具を揺動幅10～100mm、揺動数10～30回/分で揺動させるものである請求項1または2記載の金属物品の化学研磨法。

【請求項4】 化学研磨液を入れた攪拌槽の前段に設けられた前処理液を入れた攪拌槽を請求項1～3いずれか記載の攪拌条件で処理するものである請求項1～3いずれか記載の金属物品の化学研磨法。

【請求項5】 化学研磨液を入れた攪拌槽の後段に設けられた後処理液を入れた攪拌槽を請求項1～3いずれか記載の攪拌条件で処理するものである請求項1～4いずれか記載の金属物品の化学研磨法。

【請求項6】 化学研磨液の温度を60～80℃に保った請求項1～5いずれか記載の金属物品の化学研磨法。

【請求項7】 化学研磨液の原料として放電加工廃液および/またはパッシベーション廃液を用いた請求項1～6いずれか記載の金属物品の化学研磨法。

【請求項8】 前記攪拌により発生する処理液の流動における流速が200mm/秒以上である請求項1～7いずれか記載の金属物品の化学研磨法。

【請求項9】 前記金属物品が、平均孔径50mm以下、孔の深さ20mm以上の深い小孔を有するものである請求項1～8いずれか記載の金属物品の化学研磨法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、金属物品の化学研磨法に関する。

【0002】

【従来の技術】 金属の表面を化学的に研磨する方法には、(a)化学研磨と(b)電解研磨があり、化学研磨は研磨液中に存在する酸化剤の力を借りて行うのに対し、電解研磨は電気エネルギーの力を借りて行うものである。したがって、化学研磨は、化学的に金属表面を溶解して平滑化させる方法であり、その平滑化は金属表面の酸化物や金属塩の拡散皮膜を凸部に薄く、凹部に厚く形成させて、凸部を優先的に溶解することにより行われる。

【0003】 電解研磨は化学研磨よりも一般にすぐれた研磨効果をもつが、被処理体を陽極(アノード)とする電解操作を必要とし、単純な化学薬品(研磨浴)中への浸漬操作を内容とする化学研磨よりも作業が煩雑であり、量産性も劣る。特にアルミニウムの化学研磨法ではその処理温度が100～120℃と非常に高く、この高温によるマイナス面として、以下のようなことが挙げられる。

(a) 処理液(主にリン酸、硝酸等)のガス発生が激しいため、作業環境が著しく悪い。

(b) 処理液のライフが短く、ランニングコストが高くなる。

(c) 必要熱エネルギーが非常に多くかかる。

(d) 処理液から金属処理品を持ち出し、次工程への短時間(数秒)の間にも金属に付着した処理液による過剰反応で不良品が出やすい。

【0004】 このような化学研磨法に関して、種々の特許出願が行われているが、そのほとんどは化学研磨液に関するものであるが、特開平6-88255号公報には、化学研磨液と金属物品とを含有する処理槽を揺動させる技術が提案されている。しかしながら、化学研磨液がはいった処理槽全体を揺動させるということは装置的にも、エネルギー的にも大がかりなものとなることは間違いないところであり、この公報には具体的にどの程度の揺動条件を採用すればよいから記載されていないところからみて、単なるアイデアの域にとどまり、実用化には至っていないものと考えられる。従来の化学研磨に使用されるアルミニウムの研磨液の主成分であるリン酸液は75～85%と濃度が高いため、液の粘度が高くなり、単なる揺動ぐらいでは研磨が進まない。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】 本発明の目的は、従来の化学研磨法より低い薬剤濃度で、低い処理温度で、かつ短い時間で高い光沢度を示す化学研磨法を提供する点にある。

【0006】

【課題を解決するための手段】 本発明の第一は、インバーターにより振動モーターを10～150Hzの間の所望の振動を発生させ、この振動を振動応力分散手段を介して攪拌槽内の振動棒を一段または多段に固定した振動羽根を振幅0.1～10.0mm、好ましくは0.1～3.0mm、振動数200～800回/分で振動させ、攪拌槽中の化学研磨液を攪拌することを特徴とする金属物品の化学研磨法に関する。

【0007】 本発明の第二は、前記金属物品を槽中に吊り下げている吊り下げ具をインバーターにより振動モーターを5～60Hz、好ましくは10～60Hzの間の所望の振動を発生させ、前記金属物品に振幅0.1～3.0mm、好ましくは0.1～1.0mm、振動数100～300回/分の振動を与えるものである請求項1

記載の金属物品の化学研磨法に関する。

【0008】本発明の第三は、前期吊り下げ具を揺動幅10～100mm、揺動数10～30回／分で揺動させるものである請求項1または2記載の金属物品の化学研磨法に関する。

【0009】本発明の第四は、化学研磨液を入れた攪拌槽の前段に設けられた前処理液を入れた攪拌槽を請求項1～3いずれか記載の攪拌条件で処理するものである請求項1～3いずれか記載の金属物品の化学研磨法に関する。

【0010】本発明の第五は、化学研磨液を入れた攪拌槽の後段に設けられた後処理液を入れた攪拌槽を請求項1～3いずれか記載の攪拌条件で処理するものである請求項1～4いずれか記載の金属物品の化学研磨法に関する。

【0011】本発明の対象となる金属物品の材質としては、アルミニウムまたはその合金、マグネシウムまたはその合金、チタンまたはその合金、鉄またはその合金、銅またはその合金、亜鉛またはその合金などを挙げることができ、特に制限はない。アルミニウムの具体的なものとしては、工業用純アルミニウム(99.0～99.9%)のAA-1000シリーズ、例えば1100、1

090、1080、1070などを挙げることができ、アルミニウム-マグネシウム系合金としては、5005、5050、5052、5083、5405など、アルミニウム-銅系合金としては、2011、2017、2024など、アルミニウム-マンガン系としては、3003、3004などを挙げることができる。また、本発明は、磁気ディスクの化学研磨にも利用することができる。この場合は、例えばアルミニウム合金基板を機械加工し、前処理、NiP下地めっき、などを経て、本発明の化学研磨を行い、ついで磁性めっき、保護膜形成、潤滑処理、仕上げという工程を経て磁気ディスクとなる。

【0012】本発明で用いる化学研磨液の組成は、基本組成物のみで充分であり、従来処理促進や処理均一化のために添加されていた界面活性剤を添加しなくても、極めて均一で高い光沢をもつ製品を得ることができる。通常化学研磨液の主な組成は、リン酸-硝酸系が多く、なかにはフッ素系のものもある。以下に代表的な化学研磨液とその処理条件を示す。

【0013】

【表1】

金 属	浴 の 主 成 分	処 理 条 件	
		温度(℃)	時間(分)
Fe-Ni 合金	HNO ₃ (400~500ml/l) H ₃ PO ₄ (400~500ml/l)	60~150	1~6
ステンレス スチール	H ₃ PO ₄ (10~100ml/l) HNO ₃ (3~10ml/l) HCl (5~15ml/l) H ₂ SO ₄ (1~5ml) ポリエチレングリコール 2g インヒビター	60~150	2~5
	HCl (80g/l) HNO ₃ (50g/l) H ₂ SO ₄ (30g/l) NaHF ₂ (2g/l) インヒビター	30~105	2~5
アルミニウム	H ₃ PO ₄ (400~800ml/l) HNO ₃ (50ml/l) CH ₃ COOH (50ml/l) H ₂ SO ₄ 微量 各種金属 微量	60~105	5秒~3
	NaOH (280g/l) NaNO ₃ (230g/l) NaNO ₂ (170g/l)	90~140	3~6秒

本発明においては、浴の組成によっても多少変化するが、通常浴温が60~80℃で好ましい化学研磨を達成することができる。

【0014】浴に対する振動流動攪拌装置の一例は、図に示したが、振動流動攪拌装置自体はこの例に限るものではなく、本発明者の出願にかかる特開平6-220697号(特許第2707530号)、特開平6-304461号、特開平6-312124号(特許第2762388号)、特開平6-330395号、特開平8-173785号(特許第2852878号)、特開平9-40482号(特許第2911393号)、特開平10-43569号公報および特公平6-71544号(特許第1941498号)公報記載の振動流動攪拌装置を使用することができる。

【0015】振動流動攪拌装置における振動応力分散手段は、特開平8-17378号公報とくにその図3~5とその説明において詳述しているところであるが、例えば、振動発生装置と振動棒の接続部において、ベース台の上下の振動棒の周りに設けられるゴム質リングである。ゴム質リングを使用しないケースにおいては、振動

応力が振動伝達部材と振動棒との接合部分近辺に集中し、振動棒が折れ易いという問題点があるが、ここにゴム質リングを装着することにより、完全に解消することができる。

【0016】前記振動羽根板は、材質として、好ましくは薄い金属、弾力のある合成樹脂、ゴム等が使用できるが、その厚みは振動モーターの上下の振動により、少なくとも羽根板の先端部分がフラッター現象(波を打つような状態)を呈する厚みとすることもでき、これにより系に振動に加えて流動を与えることができる。金属の振動羽根板の材質としてチタン、アルミニウム、銅、鉄鋼、ステンレス鋼、これらの合金が使用できる。また、これらの金属は必要に応じて不動態化(パッシベーション)して使用することができる。合成樹脂としては、ポリカーボネート、塩化ビニル系樹脂、ポリプロピレン、エポキシ系樹脂などが使用できる。振動エネルギーを伝えて振動の効果を上げるため厚みは特に限定されないが一般に金属の場合は0.2~2mm、プラスチックの場合は0.5~10mmが好ましい。過度に厚くなると振動流動攪拌の効果が減少する。

【0017】振動羽根板の材質として弾性のある合成樹脂、ゴム等を使用する場合には、厚みは特に限定されないが一般に1～5mmが好ましいが、金属たとえばステンレスの場合は0.2～1mmたとえば0.5mmのものが好ましい。また、振動板の振幅は、0.2～10.0mm、好ましくは0.5～3.0mmである。

【0018】振動軸に対し振動羽根部は一段又は多段に取り付けることができる。振動羽根は、処理液の深さに応じて複数枚を使用することができる。多段の段数を増加する場合、振動モーターの負荷を大きくすると振動幅が減少し、振動モーターが発熱する場合がある。

【0019】また、振動羽根は、振動棒に対してすべて直角にとりつけてもよいが、振動棒の直角方向を0°としたとき(+)または(-)の方向に5～30°、好ましくは10～20°傾斜してとりつけることが好ましい。また、振動羽根固定部材と振動羽根は振動軸の側面からみて一体的に傾斜および/またはわん曲していることができる。わん曲している場合でも、全体として5～30度とくに10～20度の傾斜をもたせることが好ましい。

【0020】振動羽根は振動羽根固定部材により上下両面から挟みつけて振動棒に固定することにより振動羽根部を形成することができる。具体的には前記振動羽根は、振動棒にねじ切りをしておき、ビスによってしめつけて固定することもできるが、振動羽根4を上下からはさみつけるように補助的に振動羽根固定部材を用いて抑え、この振動羽根固定部材をビスでしめつけ、振動羽根4を固定することが好ましい。

【0021】振動羽根部に傾斜および/またはわん曲を与えた場合には、多数の振動羽根部のうち、下位の1～2枚を下向きの傾斜および/またはわん曲とし、それ以外のものを上向きの傾斜および/またはわん曲とすることもできる。このようにすると、処理槽底部の攪拌を充分行うことができ、下部に溜りが発生するのを防止することができる。

【0022】また、処理槽の底部のみは攪拌したくない場合には、前記下向きわん曲の振動羽根を取りはずすことにより対処できる。たとえば沈殿物などの不要成分を下部に溜めて、これを拡散させることなく、下部より取り出す場合には好都合である。また、発生した気体を早く放出させないために、振動羽根板をすべて下向きの角度またはわん曲とすることができる。

【0023】振動流動攪拌装置は、図に示すように処理槽の一端に設けるだけでもよいが、処理槽の両端に設けることにより大型槽に対応させ槽内を均一に流動攪拌させることができる。また、振動流動攪拌装置として今まで説明したものは、いずれも上下に振動羽根を振動させるタイプのものであるが、本出願人の出願にかかる特開平6-304461号公報に示すように振動方向を水平方向とし、振動羽根を処理槽の底部に付設するやり方も

ある。この場合、処理槽の左側に設置した振動モーターに対して、左側の重さと右側の重さのバランスを取るため、左側の重みと釣り合いのとれた重みをもつバランスを右側に設けることが好ましい。また、振動流動攪拌装置を処理槽の片側に寄せて設置する場合には、振動羽根の長さは、浴槽が広い方向は長く、浴槽が狭い方向は短くして、流動の強さを調節することができる。

【0024】振動棒は、振動モーターに直結して使用することもできるが、本発明者の発明にかかる特開平6-304461号公報や特開平6-330395号公報記載のように振動モーターの振動を振動棒を介して振動棒に伝えられる形式を採用することもできる。

【0025】また、振動羽根と振動羽根固定部材との間にふっ素系ポリマーフィルムを介在させると長期使用における振動羽根の破損率が大幅に低減するので好ましい。ふっ素系ポリマーとしては、ポリテトラフルオロエチレン(PTFE)、テトラフルオロエチレン/ヘキサフルオロプロピレン共重合体(FEP)、テトラフルオロエチレン/パーフルオロアルキルビニルエーテル共重合体(PFA)、ポリクロロトリフルオロエチレン(CTFE)、ポリふっ化ビニリデン(PVDF)、ポリふっ化ビニル、エチレン/テトラフルオロエチレン共重合体(ETFE)、エチレン/クロロトリフルオロエチレン共重合体、プロピレン/テトラフルオロエチレン共重合体などを挙げることができるが、とくにふっ素系ゴムのものが好ましい。

【0026】本発明の化学研磨処理の前段には、いろいろの前処理工程を設けることができる。たとえば、脱脂-水洗-アルカリ処理-水洗-酸活性化-水洗などの前処理工程を設けることができる。

【0027】また、本発明の化学研磨処理の後段には、いろいろの後処理工程を設けることができる。たとえば、水洗-中和-水洗-乾燥などの後処理工程を設けることができる。

【0028】本発明によれば、化学研磨液を200mm/秒以上、好ましくは250mm/秒以上の流速で流動させることができる。なお、この流速は、3次元電磁流速計(アレック電子株式会社製商品名ACM300A)を用いて測定したものである。

【0029】放電加工の廃液やパッシベーション廃液は硝酸のほか、それぞれの加工対象金属成分が数百ppm以下10ppm以上程度含有された水溶液であるが、本発明者の研究によれば、このような微量金属含有廃液は廃水処理においていろいろの問題が発生するが、この廃液を本発明における化学研磨液としてリサイクルすると、これらの微量に含有されている金属が原因は明らかではないが、むしろプラスに働き、化学研磨液の原料として再利用できることが判った。例えば、通常の放電加工廃液として、

硝酸 17wt%

Fe 200ppm
Ni 50ppm
Cr 15ppm

を含有する液を用いて、下記組成の化学研磨液

H₃PO₄ 85v/v%
HNO₃ 5v/v%
CH₃COOH 5v/v%

をつくり、これを用いて本発明を適用すると充分満足できる化学研磨を達成できた。

【0030】

【実施例】以下に実施例を挙げて本発明を説明するが、本発明はこれにより何ら限定されるものではない。な

(2) 化学研磨液の組成〔(A)は従来タイプの処方であり、(B)は本発明でこそ使用可能な処方〕

(A)リン酸(S. G. 1.697)	85重量%
硝酸(S. G. 1.42)	13重量%
硝酸銅	0.5重量%
純水	残
(B)リン酸(S. G. 1.697)	75重量%
硝酸(S. G. 1.42)	10重量%
硝酸銅	0.5重量%
純水	残

前記(A)または(B)の化学研磨液を、大きさ1,100×450×500mmHの処理槽に400mmの深さになるまで注入する。(3)化学研磨処理温度110℃または70℃

お、本発明の実施例では振動流動攪拌機を駆動させるが、比較例のものはすべて振動流動攪拌機を駆動させない状態で実施している。

【0031】実施例1と比較例1

(1) 図1～3に本発明の各実施例に使用する振動流動攪拌機及び金属処理槽を示す。図1は、本発明の実施例1に用いた装置の断面図であり、図2は、図1の他の側面の断面図であり、図3は上面図である。図中1は振動攪拌機のための振動モータ、2はスプリング、3は振動棒、4は振動羽根、5は処理槽、6は振動応力分散手段である。

【0032】(4) 化学研磨処理工程：下記表に示すとおりである
【表2】

(A)			(B)		
	工 程	処理時間(秒)		工 程	処理時間(秒)
○	化学研磨	90	○	化学研磨	40
	水洗	30		水洗	30
○	化学研磨	90	○	化学研磨	40
	水洗	30		水洗	30
○	酸処理	60	○	酸処理	60
	水洗	30		水洗	30
○	封孔処理	10分	○	封孔処理	10分
	乾燥	100		乾燥	180

○印は振動流動攪拌機を駆動

【0033】(5) 試験板

(イ) 純アルミニウム板(純度99.8%)、寸法100×100×3mm
(ロ) アルミニウム合金板：AA・5357、寸法100×100×3mm

(6) 振動流動攪拌機と処理槽

振動流動攪拌機は、日本テクノ株式会社の商品名超振動α-3型攪拌機を使用した。これは図1～2に示すようにして、2本の振動棒(SUS304製)の間に5枚の振動羽根(SUS304製)をとりつけたものであり、上4枚の振動羽根は水平方向から15°上向きに、一番

下の振動羽根は水平方向から15°下向きに取り付けられており、振動羽根と処理槽の寸法は図1に示すとおりである。また、振動モーターは安川商事の取り扱いによる村上精機製作所製200V×250W(3相)のものを使用した。

(7) 付属装置：液面計 加熱装置 排気フード

【0034】(8) 前処理工程(振動攪拌は行っていない)

脱脂：アルカリ性水系脱脂剤、日本テクノ(株)商品名・テクノクリーン#2100(炭酸ソーダ主成分界面活性剤を含む)10重量%液を用い、50℃で3分間処理

水洗：常温で1分間

アルカリ処理：NaOH 5重量%水洗液中で1.5分間

水洗：常温で1分間

酸洗い：H₂SO₄ 5重量%水溶液(50℃)で1分間

水洗：常温で1分間

(9) 化学研磨

実施例1：40Hz、振動幅0.3mm、振動数500回の振動攪拌を行った。

比較例1：振動攪拌機なしの従来型

【0035】研磨の良否の結果を見るため試験板の反射率及び外観を測定した結果を下記表3、4に示す。

反射率測定法

鏡面 光沢度測定方法(JIS Z 8741 方法3 鏡面光沢)

スガ試験機デジタル変角光沢計 UGV-SD型使用

【0036】前記(イ)の純アルミニウム板の試験結果は下記のとおりである。

【表3】

	試験板	処理温度	化学研磨濃度	化学研磨時間	反射率	外観(輝度)
実施例1	純アルミニウム	110℃	A 85%	40秒	85%	良好
	純アルミニウム	70℃	B 75%	40秒	85%	良好
比較例1	純アルミニウム	110℃	A 85%	90秒	60%	劣る
	純アルミニウム	70℃	B 75%	40秒	45%	不良

(注) 反射率は試験板3枚の平均値である。

果は下記のとおりである。

【0037】前記(ロ)のアルミニウム合金板の試験結

【表4】

	試験板	処理温度	化学研磨濃度	化学研磨時間	反射率	外観(輝度)
実施例1	アルミニウム合金	110℃	A 85%	40秒	90%	良好
	アルミニウム合金	70℃	B 75%	40秒	90%	良好
比較例1	アルミニウム合金	110℃	A 85%	90秒	65%	劣る
	アルミニウム合金	70℃	B 75%	40秒	55%	不良

(注) 反射率は試験板3枚の平均値である。

【0038】処理温度が110℃の場合は、高温のため反応ガスが発生し、研磨面が悪化する可能性があるうえ、化学研磨液の寿命が短くなり、1つの化学研磨液で研磨できる金属板数も少なくなる。比較例1の場合は、前記データから見て、少なくとも110℃の処理温度が必要であるが、実施例1のものは70℃で化学研磨しても反射率が90%という極めて優れた結果が得られており、このデータは比較例1の110℃での化学研磨より実施例1の70℃の方がすべての点で優れていることを示している。

【0039】実施例1の化学研磨液は、アレック電子株式会社製実験室用小型電磁流速計である3次元電磁流量計ACM300-Aを用いて測定した結果300mm/秒の流れが発生していた。

【0040】以上の結果からみて、比較例1の場合は添

加剤として有効量の界面活性剤を化学研磨液中に用いないかぎり、実用性が全くないことが判った。しかし、有効量の界面活性剤の使用は、化学研磨液の廃液処理を非常に困難なものとすることになる。

【0041】実施例2、比較例2-1、比較例2-2 工業用純アルミニウムJIS AA-1080三菱アルミニウム#5257で押出し成形された小型円柱状A1容器(厚み0.8mm)約30mmφ×25mmH 20ヶを試験体として、コンプレーター型バレル〔近藤耐酸槽(株)〕に入れ、これを下記工程で化学研磨処理を行い、従来方法と本発明方法との比較試験を行った。

脱脂-水洗-苛性エッチング-水洗-酸活性-水洗-化学研磨(70℃)-水洗-酸活性-水洗-陽極酸化(10分)-水洗-封孔処理(20分)-乾燥(5分)

【0042】各処理浴の組成は下記のとおりである。

脱脂：テクノクリーン#2100(炭酸ソーダ主成分

界面活性剤を含む) 10重量%、温度50℃

水 洗: 蒸留水 (常温)

苛性エッチング: 1重量% NaOH水溶液、50℃

酸活性: 5重量% H_2SO_4 水溶液、常温

化学研磨液: H_3PO_4 85v/v%、 HNO_3 5v/v%、 CH_3COOH 5v/v%の組成であり、液温は70℃で実施

封孔処理: 温水100℃

熱風乾燥: 80℃

【0043】実施例2では脱脂、水洗の各工程にはすべ

て本発明の振動攪拌を行った。使用した振動攪拌機と処理浴の容積はすべて実施例1と同一である。比較例2-1では化学研磨の槽だけは振動攪拌を行わず、他の各工程は実施例2と同様に処理した。比較例2-2では全工程で振動攪拌を行わなかった。各工程の処理時間はすべて1分間として処理を行っている。その結果を表5に示す。なお振動攪拌されている処理浴の流速は約300mm/秒であった。

【0044】

【表5】

	目 視 外 観	不 良 率
実施例 2	非常に良好	0%(不良なし)
比較例 2-1	光沢劣る	40%
比較例 2-2	殆ど光沢なし	100%(すべて不良)

【0045】実施例2の化学研磨に代えて電解研磨を行っても、外観は実施例2のものが優れており、また研磨に要する時間は実施例2の方が1/2程度で済むという結果が得られた。

【0046】実施例3、比較例3

実施例1と同じ大きさの試験板で、材質がオーステナイト系ステンレス板の化学研磨を行った。試験槽は実施例

2と同じである。処理浴の容積と振動攪拌機は実施例1と同一である。比較例3は実施例3の振動流動攪拌手段を動作させていない場合である。

【0047】工程、処理時間、浴の組成は下記のとおりである。

【表6】

工 程		実 施 例 3	比 較 例 3
脱 脂	50℃	5分	5分
水 洗	常温	2分	2分
化学研磨		5分 70℃	10分 100℃
水 洗	常温	2分	2分
中 和		1.5分	1.5分
水 洗	常温	2分	2分
乾 燥	150℃	5分	5分

【0048】

脱脂浴: テクノクリーン#3000 10%(強アルカリ性水系脱脂剤、主成分 NaOH、界面活性剤を含む)

化学研磨液: 縮合リン酸 (S. G. 1.9~2.0) 100ml
硫酸 (S. G. 1.8) 10ml

【0049】実施例3と比較例3とを対比すると、実施例3のものは比較例3のものより光沢がすぐれており、また化学研磨処理中のガス発生量も少なく、化学研磨液もはるかに長い間使用できた。

【0050】実施例4と比較例4

光輝性展伸材Al-Mg系金属(AA-5252)よりなる素材を加工した多数のキャップ状小型容器〔直径25mm、高さ30mm、肉厚0.3mm〕を、たとえば、昭和46年7月25日、日刊工業新聞社発行、「め

つき技術便覧」第632~640頁記載の適当なジグに取り付け、実施例1の装置を用いて下記表7の要領により、化学研磨を行った。比較例4として振動攪拌を行わない従来法とそれらの結果を表7中に示す。比較例4では振動流動攪拌機を使用していないが、実施例4では「〇印箇所」で振動流動攪拌機を使用している。尚、処理槽はSUS-314を使用した。

【0051】

【表7】

				処理時間	
				比較例4	実施例4
○	脱脂	テクノクリーン#2100 10%	50℃	5分	5分
	水洗	蒸留水	常温	1分	1分
○	苛性エッチング	5% NaOH	50℃	1.5分	1.5分
	水洗		常温	1分	1分
○	酸活性	5% H ₂ SO ₄	50℃	2分	2分
	水洗			1分	1分
○	化学研磨	H ₃ PO ₄ 65~80% HNO ₃ 2.5~4.0% 水分 17~25% S. G 1.630~1.560		70℃ 10分 又は 110℃ 4分	70℃ 2分
	水洗		常温	1分	1分
○	酸活性	5% H ₂ SO ₄	常温	1分	1分
	水洗		常温	1分	1分
○	陽極酸化	6Amp/dm ² H ₂ SO ₄	30℃	7分	7分
	水洗		常温	1分	1分
○	染色	水溶性有機染料ブルーブラック	50℃	4分	4分
	水洗		常温	1分	1分
	封孔処理	純水	100℃	30分	30分
	乾燥	熱風乾燥		3分	3分
	目視外観			70℃光沢なし 110℃光沢あり 不良品がでる	非常に良好 不良品なし

【0052】実施例5

平坦に仕上げられたアルミニウム合金製磁気ディスク素板（直径90mm、厚さ3mmの円板）の表面を亜鉛置換処理し、非磁性ニッケルリン合金下地層を無電解めっきにより10μmの厚さに形成する。これを下記組成

H₃PO₄ 85v/v%
HNO₃ 5v/v%
CH₃COOH 5v/v%

の化学研磨液と実施例1の装置を用いて40Hz、振動幅0.3mm、振動数500回/分の振動撹拌を行い、60℃で1分化学研磨を行って基板とする。その結果、表面粗さ平均0.01μmの平滑性の高い表面が得られた。さらにこの層上に記録媒体層として厚さ10μmのコバルト合金磁性膜を設け、さらにその上に10μmの保護層を形成し、磁気ディスクを得た。

【0053】実施例6

実施例1の装置に、吊り下げ具用振動手段と吊り下げ具用揺動手段を付設した（図4～図6参照）。

（イ）振動撹拌手段

振動モーターをインバーターで45Hz、振動幅1.5mm、振動回数300回/分で使用。

（ロ）吊り下げ具用振動手段

50W振動モーター10をインバーターで25Hzに制御、振動幅0.3mm、振動回数150回/分で使用。

（ハ）吊り下げ具用揺動手段

揺動モータ11により揺動幅約50mm、揺動回数15回/分で使用。

（ニ）試験板吊り下げ具

図7のものをを用いた。

（ホ）試験板：被処理物に相当する純アルミニウム板

（Al 100P、JISH400、Si+Fe：1.0%以下、Cu：0.05~0.20%、Mn：0.05%以下、Zn：0.10%以下、Al：99.00%以上）、横200mm、縦150mm、肉厚1.5mm、板全体に直径3mmの孔9個が均等に分布した形で設けてある。

(ヘ) 化学研磨液

HNO₃ 5v/v%H₃PO₄ 85v/v%CH₃COOH 5v/v%

70℃、1分間

【0054】実施例6-3は、前記(イ)～(ハ)の3

つの手段すべてを使用して実施した。実施例6-2は、(イ)と(ロ)の2つの手段を使用して実施し、実施例6-1は(イ)の手段のみを使用して実施した。その結果を評価すると下記のとおりである。

【0055】

【表8】

	表面光沢	穴の中の状態
実施例6-1	中心部と末端をよくよく観察すると、わずかの光沢上の差が認められる。	板の表面に近い部分と遠い部分では、わずかに光沢上の差が認められた。
実施例6-2	中心部と末端をよくよく観察すると、きわめてわずかの光沢上の差が認められる。	板の表面に近い部分と遠い部分では、きわめてわずかに光沢上の差が認められる。
実施例6-3	中心部と末端をいくら観察しても、光沢の差は全く見出すことができない。	板の表面に近い部分と遠い部分とに光沢上の差は全く見出すことができなかった。

【0056】

【発明の効果】(1) 本発明によれば、化学研磨における処理温度を従来法に較べて2～4割低くすることができ、従来法では不可能であった低濃度の化学研磨液を用いても研磨が可能であり、処理製品の表面状態は、従来法では到底電解研磨のものに較べて劣っていたのに較べて、本発明によれば電解研磨による製品の表面光沢より高輝度を達成することができ、請求項1の発明より、請求項2の発明が、請求項2の発明より請求項3の発明が、その光沢の均一性、孔のなかの処理面の均一性の点で一層優れている。とくに金属物品が、平均孔径50mm以下、孔の深さ20mm以上の深い小孔を有するものである場合には有効である。

(2) 従来の化学研磨は、化学研磨液の温度がどうしても高いものとなるが、液温が高いほど酸化窒素や水素ガスなどのガスが発生し、作業環境や周辺環境の悪化を招いたが、本発明は従来法より2～4割低温で実施できるので、環境に極めて優しい発明である。

(3) 従来法は、前述のとおり処理温度が高いため、化学研磨液の蒸発率が高く、液組成の調節、液量の補充が大へんな作業となるが、本発明によれば、これらの負担が大幅に軽減し、化学研磨液の寿命も従来法の2倍以上となった。

(4) 従来法では、高温によるガスビットに起因する不良品が発生することがあるが、本発明では、そのおそれがない。

(5) 従来法より熱エネルギーコストが大幅に安くなった。

【図面の簡単な説明】

【図1】実施例1で用いる装置の側面の断面図である。

【図2】実施例1で用いる装置の他の側面の断面図である。

【図3】実施例1で用いる装置の上面図である。

【図4】実施例5で用いる装置の側面の断面図である。

【図5】実施例5で用いる装置の他の側面の断面図である。

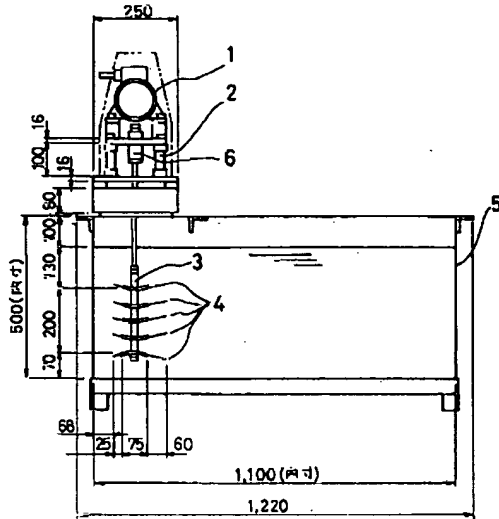
【図6】実施例5で用いる装置の上面図である。

【図7】実施例5で用いる吊り下げ具の概略図である。

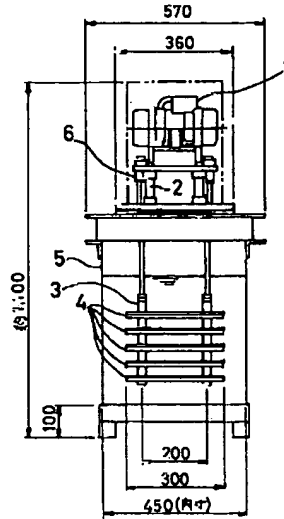
【符号の説明】

- 1 振動モーター
- 2 スプリング
- 3 振動棒
- 4 振動羽根
- 5 処理槽
- 6 振動応力分散手段
- 10 吊り下げ具振動用モーター
- 11 吊り下げ具揺動用モーター
- 31 支持棒
- 32 吊り腕
- 33 試験板
- 34 係止線

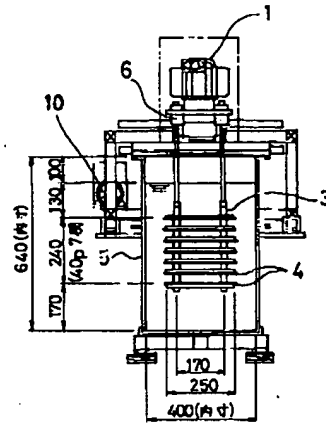
【図1】



【図2】

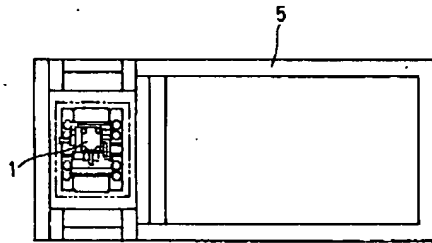


【図5】

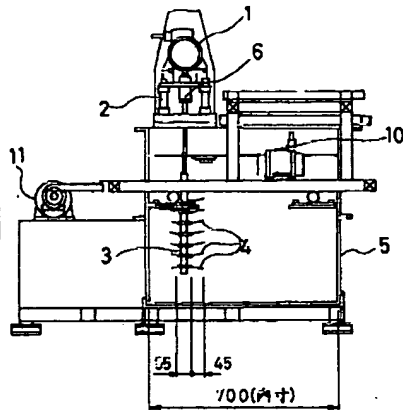


【図7】

【図3】



【図4】



【図6】

